

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 9810:2013
ISO 48:2010**

Xuất bản lần 1

**CAO SU LỰU HOÁ HOẶC NHIỆT DẸO –
XÁC ĐỊNH ĐỘ CỨNG
(ĐỘ CỨNG TỪ 10 IRHD ĐẾN 100 IRHD)**

*Rubber, vulcanized or thermoplastic –
Determination of hardness (hardness between 10 IRHD and 100 IRHD)*

HÀ NỘI – 2013

Mục lục

	Trang
Lời nói đầu.....	4
Lời giới thiệu.....	5
1 Phạm vi áp dụng.....	7
2 Tài liệu viện dẫn	9
3 Thuật ngữ và định nghĩa	9
4 Nguyên tắc	10
5 Thiết bị, dụng cụ.....	10
5.1 Tổng quát.....	10
5.2 Phương pháp N, H, L và M	11
5.3 Các phương pháp CN, CH, CL và CM	12
6 Mẫu thử.....	13
6.1 Tổng quát.....	13
6.2 Các phương pháp N, H, L và M.....	13
6.3 Phương pháp CN, CH, CL và CM.....	15
7 Khoảng thời gian giữa lưu hóa và thử nghiệm	15
8 Ổn định mẫu thử.....	15
9 Nhiệt độ thử nghiệm	15
10 Cách tiến hành	16
11 Số lần đo.....	16
12 Biểu thị kết quả.....	16
13 Độ chụm.....	17
14 Báo cáo thử nghiệm.....	19
Phụ lục A (tham khảo) Mối liên hệ thực nghiệm giữa vết lõm và độ cứng	20
Phụ lục B (tham khảo) Các kết quả độ chụm từ chương trình thử nghiệm liên phòng	23
Phụ lục C (tham khảo) Hướng dẫn sử dụng kết quả độ chụm	34
Thư mục tài liệu tham khảo	36

Lời nói đầu

TCVN 9810:2013 hoàn toàn tương đương với ISO 48:2010.

TCVN 9810:2013 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC45 *Cao su thiên nhiên* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Lời giới thiệu

Phép thử độ cứng được quy định trong tiêu chuẩn này nhằm cung cấp phép đo nhanh về tính chất rắn của cao su, không giống các phép thử độ cứng đối với các vật liệu khác là xác định độ bền đối với biến dạng vĩnh cửu.

Độ cứng được đo từ độ sâu phần lõm của mũi ấn hình cầu, dưới tác động của một lực xác định lên mẫu thử cao su. Mối quan hệ thực nghiệm giữa độ sâu phần lõm và môđun Young đối với vật liệu đàn hồi đẳng hướng hoàn toàn đã được sử dụng để xác định mức độ cứng có thể được sử dụng thuận tiện cho hầu hết các loại cao su.

Khi cần xác định giá trị của chính môđun Young, nên sử dụng một phương pháp thử nghiệm thích hợp, ví dụ phương pháp được mô tả trong ISO 7743.

Hướng dẫn đối với thử nghiệm độ cứng, ISO 18517, cũng có thể là tài liệu tham khảo hữu dụng.

Cao su lưu hoá hoặc nhiệt dẻo – Xác định độ cứng (độ cứng từ 10 IRHD đến 100 IRHD)

Rubber, vulcanized or thermoplastic –

Determination of hardness (hardness between 10 IRHD and 100 IRHD)

CẢNH BÁO: Những người sử dụng tiêu chuẩn này phải có kinh nghiệm làm việc trong phòng thử nghiệm thông thường. Tiêu chuẩn này không đề cập đến tất cả các vấn đề an toàn liên quan khi sử dụng. Người sử dụng tiêu chuẩn phải có trách nhiệm thiết lập các biện pháp an toàn và bảo vệ sức khỏe phù hợp với các quy định pháp lý hiện hành.

CHÚ Ý: Một số qui trình quy định trong tiêu chuẩn này có thể liên quan đến việc sử dụng hoặc tạo ra các chất hoặc chất thải, điều này có thể gây ra mối nguy hại cho môi trường địa phương. Nên tham khảo các tài liệu thích hợp về xử lý an toàn và thải bỏ sau khi sử dụng.

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định bốn phương pháp xác định độ cứng của cao su lưu hóa hoặc nhiệt dẻo trên bề mặt phẳng (các phương pháp độ cứng tiêu chuẩn) và bốn phương pháp xác định độ cứng biểu kiến của bề mặt cong (các phương pháp độ cứng biểu kiến). Độ cứng được biểu thị trong Độ cứng cao su quốc tế (IRHD). Các phương pháp này bao gồm dải độ cứng từ 10 IRHD đến 100 IRHD.

Những phương pháp này khác biệt căn bản về đường kính của bi ấn lõm và độ lớn của lực ấn lõm, chúng được chọn để phù hợp với ứng dụng cụ thể. Dải ứng dụng của từng phương pháp được chỉ ra trong Hình 1.

Tiêu chuẩn này không quy định phương pháp xác định độ cứng bằng dụng cụ đo độ cứng bỏ túi được mô tả trong TCVN 1595-2 (ISO 7619-2).

Tiêu chuẩn này quy định bốn phương pháp xác định độ cứng tiêu chuẩn.

- Phương pháp N (phép thử thông thường) thích hợp với cao su có độ cứng trong dải từ 35 IRHD đến 85 IRHD, nhưng cũng có thể được sử dụng đối với độ cứng trong dải từ 30 IRHD đến 95 IRHD.
- Phương pháp H (phép thử độ cứng cao) thích hợp với cao su có độ cứng trong dải từ 85 IRHD đến 100 IRHD.

TCVN 9810:2013

- Phương pháp L (phép thử độ cứng thấp) thích hợp với cao su có độ cứng trong dải từ 10 IRHD đến 35 IRHD.
- Phương pháp M (phép thử micro) về cơ bản là phiên bản thu nhỏ của phép thử thông thường N, cho phép thử nghiệm các mẫu thử nhỏ hơn và mỏng hơn. Nó thích hợp với cao su có độ cứng trong dải từ 35 IRHD đến 85 IRHD, nhưng cũng có thể được sử dụng đối với độ cứng trong dải từ 30 IRHD đến 95 IRHD.

CHÚ THÍCH 1: Giá trị của độ cứng nhận được bởi phương pháp N trong dải từ 85 IRHD đến 95 IRHD và 30 IRHD đến 35 IRHD có thể không phù hợp chính xác với giá trị nhận được khi sử dụng phương pháp H hoặc phương pháp L. Sự khác biệt thường không đáng kể cho mục đích kỹ thuật.

CHÚ THÍCH 2: Do các tác động bề mặt khác nhau trong cao su và khả năng thô ráp bề mặt nhẹ (ví dụ như được sản xuất bằng mài bóng), phép thử micro có thể không đưa lại kết quả phù hợp với kết quả đạt được bằng phép thử thông thường.

Tiêu chuẩn này cũng quy định bốn phương pháp CN, CH, CL và CM để xác định độ cứng biểu kiến của bề mặt cong. Những phương pháp này là sự sửa đổi của những phương pháp N, H, L và M, và được sử dụng khi bề mặt cao su được thử nghiệm là bề mặt cong mà trong trường hợp này có hai khả năng:

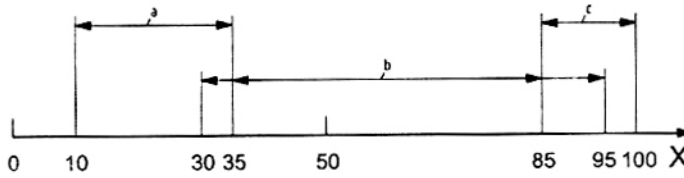
- a) Mẫu thử hoặc sản phẩm được thử nghiệm đủ lớn để đặt dụng cụ đo độ cứng trên nó; hoặc
- b) Mẫu thử hoặc sản phẩm được thử nghiệm đủ nhỏ để đặt cả mẫu thử và dụng cụ đo độ cứng trên giá đỡ thông thường.

Sự khác biệt của mục b) là mẫu thử nằm trên bàn mẫu của dụng cụ đo.

Độ cứng biểu kiến cũng có thể được đo trên mẫu thử phẳng không tiêu chuẩn sử dụng các phương pháp N, H, L và M.

Các quy trình được mô tả không thể cung cấp tất cả hình dạng và kích thước có thể có của mẫu thử, nhưng bao hàm một số loại thông dụng nhất như vòng hình chữ O.

Tiêu chuẩn này không quy định việc xác định độ cứng biểu kiến của trục lăn bọc cao su, điều này đã được quy định trong ISO 7267 (tất cả các phần).

**CHÚ DẪN:**

- X độ cứng (IRHD)
- a Phương pháp L và phương pháp CL.
- b Phương pháp N và M và phương pháp CN và CM.
- c Phương pháp H và phương pháp CH.

Hình 1 – Dải ứng dụng**2 Tài liệu viện dẫn**

Các tài liệu viện dẫn sau đây là cần thiết để áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 1592 (ISO 23529), *Cao su – Quy trình chung để chuẩn bị và ổn định mẫu thử cho các phương pháp thử vật lý.*

ISO 18899:2004, *Rubber – Guide to the calibration of test equipment (Cao su – Hướng dẫn hiệu chuẩn thiết bị thử).*

3 Thuật ngữ và định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này, sử dụng các thuật ngữ và định nghĩa sau:

3.1

Thang đo độ cứng cao su quốc tế (International rubber hardness degree scale)

IRHD (IRHD scale)

Thang đo độ cứng được lựa chọn sao cho 0 biểu thị độ cứng vật liệu có môđun Young bằng không và 100 biểu thị độ cứng vật liệu có môđun Young vô hạn.

CHÚ THÍCH: Các đặc tính sau áp dụng với hầu hết dải thông thường của độ cứng:

- Một độ cứng cao su quốc tế luôn thể hiện sự khác biệt tương ứng trong môđun Young;
- Đối với cao su đàn hồi cao, thang đo IRHD và Shore A có thể so sánh với nhau được.

3.2

Độ cứng tiêu chuẩn (Standard hardness)

Độ cứng nhận được khi sử dụng các quy trình được mô tả trong các phương pháp N, H, L và M trên mẫu thử có độ dày tiêu chuẩn và không nhỏ hơn các kích thước biên nhỏ nhất được quy định.

CHÚ THÍCH: Độ cứng tiêu chuẩn được báo cáo chính xác đến số nguyên theo IRHD.

3.3

Độ cứng biểu kiến (apparent hardness)

Độ cứng nhận được sử dụng các quy trình được mô tả trong các phương pháp N, H, L và M trên mẫu thử có kích thước không tiêu chuẩn, cũng như các giá trị Độ cứng nhận được khi sử dụng các phương pháp CN, CH, CL và CM.

CHÚ THÍCH 1: Độ cứng biểu kiến được báo cáo chính xác đến số nguyên theo IRHD.

CHÚ THÍCH 2: Các giá trị đạt được bằng các phương pháp CN, CH, CL và CM luôn được đưa ra là độ cứng biểu kiến khi các phép thử thông thường được thực hiện trên sản phẩm hoàn chỉnh mà độ dày của cao su có thể biến đổi và trong nhiều trường hợp, kích thước của các cạnh bên có thể không đáp ứng khoảng cách cần thiết nhỏ nhất giữa mũi ấn và cạnh để loại bỏ các tác động cạnh. Do vậy, các kết quả đạt được nhìn chung không trùng với các kết quả đạt được trên mẫu thử tiêu chuẩn như được xác định trong các phương pháp N, H, L và M hoặc trên tấm có mặt song song phẳng có cùng độ dày như của sản phẩm. Hơn nữa, các kết quả có thể phụ thuộc đáng kể vào phương pháp giá đỡ sản phẩm và có sử dụng chân đập hay không. Vì vậy, các kết quả đạt được trên bề mặt cong là các giá trị bất kỳ chỉ có thể áp dụng với các mẫu thử hoặc các sản phẩm có hình dạng đặc biệt và kích thước đặc biệt, và được hỗ trợ theo cách đặc biệt, và trong những trường hợp đặc biệt những giá trị như vậy có thể khác với độ cứng tiêu chuẩn đến khoảng 10 IRHD. Hơn nữa, các bề mặt được mài bóng hoặc được chuẩn bị để loại bỏ các dấu vùi, v.v... có thể mang lại giá trị độ cứng hơi khác nhau so với độ cứng của bề mặt đúc khuôn mịn.

4 Nguyên tắc

Phép thử độ cứng là phép đo đo sự chênh lệch giữa các độ sâu ấn lõm của viên bi vào trong cao su dưới một lực tiếp xúc nhỏ và lực (ấn lõm) lớn. Từ sự chênh lệch này, được nhân lên khi sử dụng phép thử micro với hệ số thang đo 6, độ cứng tính bằng IRHD theo giá trị từ Bảng 3 đến Bảng 5 hoặc từ các biểu đồ được dựa trên những bảng này hoặc từ thang chia, biểu thị theo đơn vị IRHD, được tính từ các bảng và phù hợp với dụng cụ đo ấn lõm. Những bảng và đường cong này xuất phát từ mối liên hệ thực nghiệm giữa độ sâu ấn lõm và độ cứng được nêu trong Phụ lục A.

5 Thiết bị, dụng cụ

5.1 Tổng quát

Hiệu chuẩn và kiểm định dụng cụ theo ISO 18898.

5.2 Phương pháp N, H, L và M

Các phần cơ bản của dụng cụ được quy định tại 5.2.1 đến 5.2.6, kích thước và lực thích hợp được chỉ ra trong Bảng 1.

5.2.1 Pit-tông thẳng đứng, với bề mặt hình cầu hoặc dạng viên bi cứng ở đầu thấp hơn, để hỗ trợ pit-tông sao cho đỉnh cầu được giữ hơi cao hơn bề mặt của chân tròn trước khi áp đặt lực tiếp xúc.

5.2.2 Phương tiện để ép một lực tiếp xúc và lực ấn lõm bổ sung lên pit-tông, tạo ra lượng đủ cho khối lượng của pit-tông, bao gồm bất kỳ phụ kiện nào được gắn cùng, và đối với lực của bất kỳ hoạt động đàn hồi nào trên nó, sao cho những lực này thực sự được truyền qua đầu hình cầu của pit-tông như được quy định.

5.2.3 Phương tiện đo sự gia tăng độ sâu của phân lõm của pit-tông được gây ra bởi lực ấn lõm, hoặc tính bằng các đơn vị hệ mét hoặc được tính theo đơn vị IRHD.

Dụng cụ đo được sử dụng có thể là cơ học, quang học hoặc điện.

5.2.4 Chân tròn phẳng, trực giao với trục pit-tông và có lỗ ở giữa dành cho ống dẫn pit-tông.

Chân tròn đặt trên mẫu thử và sử dụng áp lực $30 \text{ kPa} \pm 5 \text{ kPa}$ trên nó miễn sao cho tổng lượng tải trên chân tròn không vượt ra ngoài các giá trị được nêu trong Bảng 1. Chân tròn phải được kết nối chặt với thiết bị đo ấn lõm, sao cho phép đo được thực hiện từ chuyển động của pit-tông cân xứng với chân (nghĩa là bề mặt trên của mẫu thử), không liên quan bề mặt đỡ mẫu thử.

5.2.5 Phương tiện rung nhẹ dụng cụ, ví dụ máy rung âm chạy điện, để khắc phục sự ma sát nhẹ.

(Phương tiện này có thể được bỏ qua đối với các dụng cụ mà ma sát bị loại bỏ hữu hiệu).

5.2.6 Buồng dành cho mẫu thử, khi các phép thử được thực hiện tại các nhiệt độ khác với nhiệt độ tiêu chuẩn phòng thử nghiệm.

Buồng này phải được trang bị một phương tiện để duy trì nhiệt độ chênh lệch khoảng $2 \text{ }^\circ\text{C}$ so với nhiệt độ mong muốn. Đế và pit-tông thẳng kéo dài qua phần trên của buồng, và phần qua đỉnh phải được làm từ vật liệu có tính dẫn nhiệt thấp. Thiết bị cảm biến phải được lắp đặt trong buồng gần hoặc tại vị trí mẫu thử, để đo nhiệt độ (xem TCVN 1592 (ISO 23529)).

Bảng 1 – Lực và kích thước dụng cụ

Thử nghiệm	Đường kính mm	Lực trên viên bi			Lực trên đế N
		Tiếp xúc N	Án lõm N	Tổng N	
Phương pháp N (phép thử thông thường)	Viên bi $2,50 \pm 0,01$ Đế 20 ± 1 Lỗ 6 ± 1	$0,30 \pm 0,02$	$5,40 \pm 0,01$	$5,70 \pm 0,03$	$8,3 \pm 1,5$
Phương pháp H (độ cứng cao)	Viên bi $1,00 \pm 0,01$ Đế 20 ± 1 Lỗ 6 ± 1	$0,30 \pm 0,02$	$5,40 \pm 0,01$	$5,70 \pm 0,03$	$8,3 \pm 1,5$
Phương pháp L (độ cứng thấp)	Viên bi $5,00 \pm 0,01$ Đế 22 ± 1 Lỗ 10 ± 1	$0,30 \pm 0,02$	$5,40 \pm 0,01$	$5,70 \pm 0,03$	$8,3 \pm 1,5$
Phương pháp M (phép thử micro)	Đường kính mm	Tiếp xúc mN	Án lõm mN	Tổng mN	Lực trên đế mN
	Viên bi $0,395 \pm 0,05$ Đế $3,35 \pm 0,15$ Lỗ $1,00 \pm 0,15$	$8,3 \pm 0,5$	$145 \pm 0,5$	$153,3 \pm 1,0$	235 ± 30

CHÚ THÍCH 1: Trong phép thử micro, khi sử dụng các dụng cụ mà trong đó bàn mẫu thử được ép theo hướng lên phía trên do đàn hồi, các giá trị của áp lực đế và lực trên đế là những giá trị hoạt động trong suốt thời gian áp dụng tổng lực. Trước khi áp dụng lực ấn lõm 145 mN, lực trên đế lớn hơn khoảng giá trị này và bằng $380 \text{ mN} \pm 30 \text{ mN}$.

CHÚ THÍCH 2: Không phải tất cả các tổ hợp các kích thước và lực được nêu trong bảng này sẽ đáp ứng các yêu cầu áp lực của 5.2.4.

5.3 Các phương pháp CN, CH, CL và CM

Dụng cụ được sử dụng phải như được mô tả trong 5.2 nhưng khác trong những chi tiết sau.

5.3.1 Các bề mặt hình trụ có bán kính lớn hơn 50 mm

Đế của dụng cụ phải có một lỗ phía dưới pit-tông, cho phép chân tròn đi qua sao cho phép đo có thể thực hiện được trên hoặc dưới đế.

Bề mặt dưới của đế phải có hình dạng hai ống trụ song song với nhau và với mặt phẳng đế. Đường kính của những ống trụ này và khoảng cách của chúng phải sao cho có thể đặt và đỡ được thiết bị trên bề mặt cong sẽ được thử nghiệm. Một cách khác, đế được điều chỉnh có thể được lắp với các chân tháo lắp được theo các khớp nối vạn năng để chúng thích nghi với bề mặt cong.

5.3.2 Các bề mặt có độ cong gấp đôi bán kính lớn hơn 50 mm

Sử dụng dụng cụ có đế có thể điều chỉnh được được mô tả trong 5.3.1.

5.3.3 Các bề mặt hình trụ có bán kính 4 mm đến 50 mm hoặc mẫu thử nhỏ có độ cong gấp đôi

Trên các bề mặt quá nhỏ để đỡ dụng cụ, mẫu thử hoặc sản phẩm phải được đỡ bằng đồ gá hoặc khối chữ V sao cho phần lõm thẳng phía trên bề mặt mẫu thử. Có thể sử dụng sáp để cố định những vật nhỏ với bàn mẫu thử.

Thông thường, dụng cụ như được mô tả dành cho phương pháp M chỉ được sử dụng khi độ dày của cao su được thử nghiệm nhỏ hơn 4 mm.

CHÚ THÍCH: Các dụng cụ dùng cho phương pháp M mà bàn mẫu thử được ép thẳng bằng lực đàn hồi không thích hợp đối với sử dụng trên các sản phẩm hoặc mẫu thử lớn có bán kính độ cong lớn.

5.3.4 Vòng đệm hình chữ O nhỏ và các sản phẩm có bán kính cong nhỏ hơn 4 mm

Những vật này phải được giữ bằng các gá hoặc khối thích hợp hoặc được cố định bằng sáp với bàn dụng cụ. Các phép đo được thực hiện sử dụng dụng cụ dùng cho phương pháp M.

Thử nghiệm không được thực hiện nếu bán kính nhỏ nhất nhỏ hơn 0,8 mm.

6 Mẫu thử**6.1 Tổng quát**

Mẫu thử phải được chuẩn bị theo TCVN 1592 (ISO 23529).

6.2 Các phương pháp N, H, L và M**6.2.1 Tổng quát**

Mẫu thử phải có các bề mặt trên và dưới phẳng, mịn và song song với nhau.

Thử nghiệm nhằm mục đích so sánh phải được thực hiện trên mẫu thử có cùng độ dày.

6.2.2 Độ dày**6.2.2.1 Phương pháp N và H**

Mẫu thử tiêu chuẩn phải có độ dày 8 mm đến 10 mm và phải được làm từ một hoặc nhiều lớp cao su, độ dày mỏng nhất của một lớp không được nhỏ hơn 2 mm. Tất cả các bề mặt phải phẳng và song song.

Mẫu thử không tiêu chuẩn có thể dày hơn hoặc mỏng hơn, nhưng độ dày không được nhỏ hơn 4 mm.

6.2.2.2 Phương pháp L

Mẫu thử tiêu chuẩn phải có độ dày 10 mm đến 15 mm và được làm từ một hoặc nhiều lớp cao su, độ dày mỏng nhất của một lớp không được nhỏ hơn 2 mm. Tất cả các bề mặt phải phẳng và song song.

Mẫu thử không tiêu chuẩn có thể dày hơn hoặc mỏng hơn, nhưng độ dày không được nhỏ hơn 6 mm.

6.2.2.3 Phương pháp M

Mẫu thử tiêu chuẩn có độ dày $2 \text{ mm} \pm 0,5 \text{ mm}$. Có thể sử dụng mẫu thử mỏng hơn hoặc dày hơn nhưng độ dày không được nhỏ hơn 1 mm. Kết quả đạt được trên mẫu thử nhìn chung không đồng nhất với kết quả đạt được trên mẫu thử tiêu chuẩn.

6.2.3 Kích thước bên**6.2.3.1 Phương pháp N, H và L**

Kích thước bên của cả mẫu thử tiêu chuẩn và không tiêu chuẩn phải sao cho không có thử nghiệm nào được thực hiện tại khoảng cách từ cạnh mẫu thử nhỏ hơn khoảng cách thích hợp được nêu trong Bảng 2.

Bảng 2 – Khoảng cách tối thiểu của điểm tiếp xúc từ cạnh mẫu thử

Kích thước tính bằng milimét

Tổng độ dày mẫu thử	Khoảng cách tối thiểu từ điểm tiếp xúc đến cạnh mẫu thử
4	7,0
6	8,0
8	9,0
10	10,0
15	11,5
25	13,0

6.2.3.2 Phương pháp M

Kích thước bên phải đáp ứng sao cho không có thử nghiệm nào được thực hiện tại khoảng cách từ cạnh mẫu thử nhỏ hơn 2 mm.

Khi mẫu thử dày hơn 4 mm được thử nghiệm trên dụng cụ phép thử micro do kích thước bên hoặc khu vực phẳng có sẵn không cho phép thử trên dụng cụ thông thường, thử nghiệm phải được thực hiện tại khoảng cách tính từ cạnh càng lớn càng tốt.

6.3 Phương pháp CN, CH, CL và CM

Mẫu thử phải là sản phẩm hoàn thiện hoặc miếng được cắt từ sản phẩm hoàn thiện. Mặt dưới của miếng cắt phải sao cho nó có thể được đỡ một cách thích hợp trong suốt quá trình thử nghiệm độ cứng. Nếu bề mặt trên đó thử nghiệm được thực hiện bị đánh dấu vài, phải được đánh bóng trước khi thử nghiệm. Mẫu thử phải được hồi phục tại nhiệt độ tiêu chuẩn phòng thử nghiệm (xem TCVN 1592 (ISO 23529)) trong ít nhất 16 h sau khi đánh bóng và phải được ổn định theo Điều 8. Giai đoạn ổn định có thể là một phần của quá trình phục hồi.

7 Khoảng thời gian giữa lưu hóa và thử nghiệm

Trừ khi có quy định khác vì lý do kỹ thuật, các yêu cầu sau phải được tuân theo (xem TCVN 1592 (ISO 23529)):

- Đối với tất cả mục đích phép thử thông thường, thời gian tối thiểu giữa lưu hóa và thử nghiệm là 16 h. Trong trường hợp giám định, thời gian tối thiểu là 72 h.
- Đối với thử nghiệm không sản phẩm, thời gian tối đa giữa lưu hóa và thử nghiệm là 4 tuần và, đối với các đánh giá được dùng để so sánh, thử nghiệm phải được thực hiện sau khoảng thời gian tương tự.
- Đối với thử nghiệm sản phẩm, bất cứ khi nào có thể, thời gian giữa lưu hóa và thử nghiệm không quá 3 tháng. Trong các trường hợp khác, thử nghiệm phải được thực hiện trong vòng 2 tháng kể từ ngày nhận được sản phẩm.

8 Ổn định mẫu thử

8.1 Khi thử nghiệm được thực hiện tại nhiệt độ tiêu chuẩn phòng thử nghiệm (xem TCVN 1592 (ISO 23529)), mẫu thử phải được duy trì tại các điều kiện thử nghiệm ít nhất 3 h ngay trước khi thử nghiệm.

8.2 Khi các thử nghiệm được thực hiện tại nhiệt độ cao hơn hoặc thấp hơn, mẫu thử phải được duy trì tại các điều kiện thử nghiệm trong khoảng thời gian đủ để đạt đến trạng thái cân bằng nhiệt độ với môi trường thử nghiệm, hoặc trong khoảng thời gian được quy định bởi yêu cầu kỹ thuật đối với vật liệu hoặc sản phẩm được thử nghiệm, và sau đó được thử nghiệm ngay lập tức.

9 Nhiệt độ thử nghiệm

Phép thử thông thường được thực hiện tại nhiệt độ tiêu chuẩn phòng thử nghiệm (xem TCVN 1592 (ISO 23529)). Khi sử dụng nhiệt độ khác, những nhiệt độ này phải được lựa chọn từ danh mục nhiệt độ tốt nhất được quy định trong TCVN 1592 (ISO 23529).

10 Cách tiến hành

Ôn định mẫu thử như được quy định trong Điều 8.

Rắc nhẹ bột bụi mặt trên và mặt dưới của mẫu thử. Đặt mẫu thử lên bề mặt cứng nằm ngang. Đưa chân tròn tiếp xúc với bề mặt mẫu thử. Ấn pit-tông và viên bi ấn lõm trong 5 s lên trên cao su, lực trên viên bi là lực tiếp xúc.

CHÚ THÍCH: Bột tan (talc) là bột bụi thích hợp.

Nếu dụng cụ đo được chia độ theo IRHD, điều chỉnh dụng cụ để đọc 100 tại điểm kết thúc của 5 s; sau đó áp dụng lực ấn lõm bổ sung và duy trì trong 30 s, khi đạt được kết quả đọc trực tiếp của độ cứng tính bằng IRHD.

Nếu dụng cụ đo được chia độ theo đơn vị mét, lưu ý vết lõm chênh lệch D (tính bằng phần trăm milimet) của pit-tông được gây ra bởi lực ấn lõm bổ sung, được áp dụng trong 30 s. Chuyển đổi sang thành IRHD (sau khi nhân hệ số tỷ lệ 6 khi sử dụng dụng cụ dành cho phép thử micro), sử dụng Bảng 3 đến Bảng 5 hoặc biểu đồ được vẽ từ số liệu của những bảng này.

Trong quá trình tải, rung nhẹ dụng cụ trừ khi không có ma sát.

11 Số lần đo

Thực hiện một phép đo tại mỗi điểm trong tối thiểu của ba điểm khác nhau được phân bố trên mẫu thử và từng điểm cách nhau tối thiểu 6 mm, và lấy kết quả trung bình khi những kết quả này được sắp xếp theo thứ tự tăng dần.

12 Biểu thị kết quả

Biểu thị độ cứng, chính xác đến số nguyên, là trung bình của phép đo riêng rẽ tính bằng IRHD, được biểu thị bằng ký hiệu độ ($^{\circ}$), sau đó là:

- hoặc chữ S biểu thị rằng mẫu thử thuộc độ dày tiêu chuẩn hoặc, đối với các thử nghiệm trên mẫu thử không tiêu chuẩn, độ dày mẫu thử thực tế và kích thước bên nhỏ hơn (tính bằng milimet) (kết quả khi đó là độ cứng biểu kiến);
- chữ theo mã đối với phương pháp, nghĩa là N đối với thử nghiệm thường, H đối với phép thử độ cứng cao, L đối với phép thử độ cứng thấp và M đối với phép thử micro;
- đối với thử nghiệm trên bề mặt cong, chữ ở đầu là C.

VÍ DỤ 1: 58 $^{\circ}$, SN

VÍ DỤ 2: 16 $^{\circ}$, 8 x 25 mm, L

VÍ DỤ 3: 90 $^{\circ}$, CH

13 Độ chụm

Kết quả độ chụm của chương trình thử nghiệm liên phòng (ITP) được nêu trong Phụ lục B.

**Bảng 3 – Chuyển đổi giá trị vết lõm chên lệch, D , thành IRHD
đối với việc sử dụng phương pháp N sử dụng mũi ấn 2,5 mm**

Kích thước của D tính bằng phần trăm milimet

D	IRHD	D	IRHD	D	IRHD	D	IRHD	D	IRHD	D	IRHD
0	100,0	31	82,9	62	64,5	93	51,2	124	41,7	155	34,6
1	100,0	32	82,2	63	64,0	94	50,9	125	41,4	156	34,4
2	99,9	33	81,5	64	63,5	95	50,5	126	41,1	157	34,2
3	99,8	34	80,9	65	63,0	96	50,2	127	40,9	158	34,0
4	99,6	35	80,2	66	62,5	97	49,8	128	40,6	159	33,8
5	99,3	36	79,5	67	62,0	98	49,5	129	40,4	160	33,6
6	99,0	37	78,9	68	61,5	99	49,1	130	40,1	161	33,4
7	98,6	38	78,2	69	61,1	100	48,8	131	39,9	162	33,2
8	98,1	39	77,6	70	60,6	101	48,5	132	39,6	163	33,0
9	97,7	40	77,0	71	60,1	102	48,1	133	39,4	164	32,8
10	97,1	41	76,4	72	59,7	103	47,8	134	39,1	165	32,6
11	96,5	42	75,8	73	59,2	104	47,5	135	38,9	166	32,4
12	95,9	43	75,2	74	58,8	105	47,1	136	38,7	167	32,3
13	95,3	44	74,5	75	58,3	106	46,8	137	38,4	168	32,1
14	94,7	45	73,9	76	57,9	107	46,5	138	38,2	169	31,9
15	94,0	46	73,3	77	57,5	108	46,2	139	38,0	170	31,7
16	93,4	47	72,7	78	57,0	109	45,9	140	37,8	171	31,6
17	92,7	48	72,2	79	56,6	110	45,6	141	37,5	172	31,4
18	92,0	49	71,6	80	56,2	111	45,3	142	37,3	173	31,2
19	91,3	50	71,0	81	55,8	112	45,0	143	37,1	174	31,1
20	90,6	51	70,4	82	55,4	113	44,7	144	36,9	175	30,9
21	89,8	52	69,8	83	55,0	114	44,4	145	36,7	176	30,7
22	89,2	53	69,3	84	54,6	115	44,1	146	36,5	177	30,5
23	88,5	54	68,7	85	54,2	116	43,8	147	36,2	178	30,4
24	87,8	55	68,2	86	53,8	117	43,5	148	36,0	179	30,2
25	87,1	56	67,6	87	53,4	118	43,3	149	35,8	180	30,0
26	86,4	57	67,1	88	53,0	119	43,0	150	35,6		
27	85,7	58	66,6	89	52,7	120	42,7	151	35,4		
28	85,0	59	66,0	90	52,3	121	42,5	152	35,2		
29	84,3	60	65,5	91	52,0	122	42,2	153	35,0		
30	83,6	61	65,0	92	51,6	123	41,9	154	34,8		

**Bảng 4 – Chuyển đổi giá trị vết lõm chên lệch, D , thành IRHD
đối với việc sử dụng phương pháp H sử dụng mũi ấn 1 mm**

Kích thước của D tính bằng phần trăm milimet

D	IRHD	D	IRHD	D	IRHD	D	IRHD	D	IRHD	D	IRHD
0	100,0	8	99,3	16	97,0	24	93,8	32	90,2	40	86,6
1	100,0	9	99,1	17	96,6	25	93,4	33	89,7	41	86,1
2	100,0	10	98,8	18	96,2	26	92,9	34	89,3	42	85,7
3	99,9	11	98,6	19	95,8	27	92,5	35	88,8	43	85,3
4	99,9	12	98,3	20	95,4	28	92,0	36	88,4	44	84,8
5	99,8	13	98,0	21	95,0	29	91,6	37	87,9		
6	99,6	14	97,6	22	94,6	30	91,1	38	87,5		
7	99,5	15	97,3	23	94,2	31	90,7	39	87,0		

**Bảng 5 – Chuyển đổi giá trị vết lõm chên lệch, D , thành IRHD
đối với việc sử dụng phương pháp L sử dụng mũi ấn 5 mm**

Kích thước của D tính bằng phần trăm milimet

D	IRHD	D	IRHD	D	IRHD	D	IRHD	D	IRHD	D	IRHD
110	34,9	146	26,8	182	21,1	218	17,0	254	13,8	290	11,5
112	34,4	148	26,4	184	20,8	220	16,8	256	13,7	292	11,4
114	33,9	150	26,1	186	20,6	222	16,6	258	13,5	294	11,3
116	33,4	152	25,7	188	20,3	224	16,4	260	13,4	296	11,2
118	32,9	154	25,4	190	20,1	226	16,2	262	13,3	298	11,1
120	32,4	156	25,0	182	19,8	228	16,0	264	13,1	300	11,0
122	31,9	158	24,7	194	19,6	230	15,8	266	13,0	302	10,9
124	31,4	160	24,4	196	19,4	232	15,6	268	12,8	304	10,8
126	30,9	162	24,1	198	19,2	234	15,4	270	12,7	306	10,6
128	30,4	164	23,8	200	18,9	236	15,3	272	12,6	308	10,5
130	30,0	166	23,5	202	18,7	238	15,1	274	12,5	310	10,4
132	29,6	168	23,1	204	18,5	240	14,9	276	12,3	312	10,3
134	29,2	170	22,8	206	18,3	242	14,8	278	12,2	314	10,2
136	28,8	172	22,5	208	18,0	244	14,6	280	12,1	316	10,1
138	28,4	174	22,2	210	17,8	246	14,4	282	12,0	318	9,9
140	28,0	176	21,9	212	17,6	248	14,3	284	11,8		
142	27,6	178	21,6	214	17,4	250	14,1	286	11,7		
144	27,2	180	21,3	216	17,2	252	14,0	288	11,6		

14 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm những thông tin sau:

- a) viện dẫn tiêu chuẩn này TCVN 9810:2013 (ISO 48:2010);
- b) chi tiết mẫu thử:
 - 1) kích thước mẫu thử,
 - 2) số lượng lớp và độ dày của lớp mỏng nhất,
 - 3) trong trường hợp mẫu thử có hình dáng cong hoặc không theo quy tắc, mô tả mẫu thử,
 - 4) phương pháp chuẩn bị mẫu thử từ mẫu, ví dụ được đúc khuôn, đánh bóng, cắt rời,
 - 5) chi tiết hỗn hợp cao su và sự lưu hóa, khi thích hợp;
- c) phương pháp thử:
 - 1) phương pháp được sử dụng,
 - 2) đối với mẫu thử cong, cách mẫu thử được lắp;
- d) chi tiết thử nghiệm:
 - 1) thời gian và nhiệt độ ổn định trước khi thử nghiệm,
 - 2) nhiệt độ thử nghiệm và độ ẩm tương đối, nếu cần thiết,
 - 3) bất kỳ sai lệch so với quy trình quy định;
- e) kết quả thử nghiệm:
 - 1) số lượng mẫu thử,
 - 2) các kết quả thử nghiệm riêng rẽ,
 - 3) trung bình của kết quả riêng rẽ, được biểu thị như trong Điều 12;
- f) ngày thử nghiệm.

Phụ lục A

(tham khảo)

Mối liên hệ thực nghiệm giữa vết lõm và độ cứng

Mối liên hệ giữa chênh lệch vết lõm và độ cứng được biểu thị bằng IRHD được dựa trên:

- a) Mối liên hệ đã biết^[10], đối với vật liệu đàn hồi đẳng hướng hoàn toàn, giữa vết lõm D , được biểu thị bằng phần trăm milimet, và môđun Young E , được biểu thị bằng megapascal, theo công thức sau:

$$D = 61,5R^{-0,48} \left[\left(\frac{F_{in}}{E} \right)^{0,74} - \left(\frac{F_c}{E} \right)^{0,74} \right]$$

trong đó

F_{in} là tổng lực ấn lõm, tính bằng niuton;

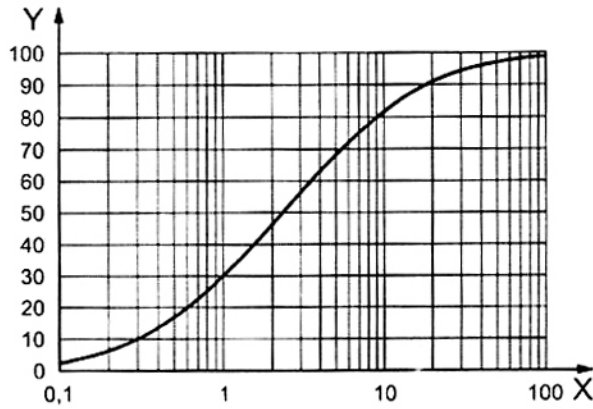
F_c là lực tiếp xúc, tính bằng niuton;

R là bán kính viên bi, tính bằng milimet.

- b) Sử dụng đường cong probit (sai lệch thông thường được tích hợp) để liên kết $\log_{10}E$ với độ cứng tính bằng IRHD. Đường cong này được xác định theo:

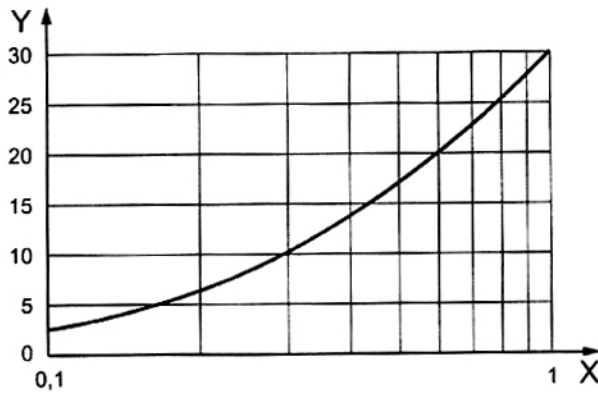
- 1) Giá trị của $\log_{10}E$ tương ứng với điểm giữa đường cong: 0,364 (E được biểu thị bằng megapascal);
- 2) Độ dốc tối đa: 57 IRHD trên sự gia tăng đơn vị tính bằng $\log_{10}E$

Hình A.1 đến Hình A.3 biểu thị mối liên hệ giữa E , tính bằng MPa, và IRHD như được xác định trong 1) và 2).

**CHÚ DẪN:**

X E, tính bằng MPa

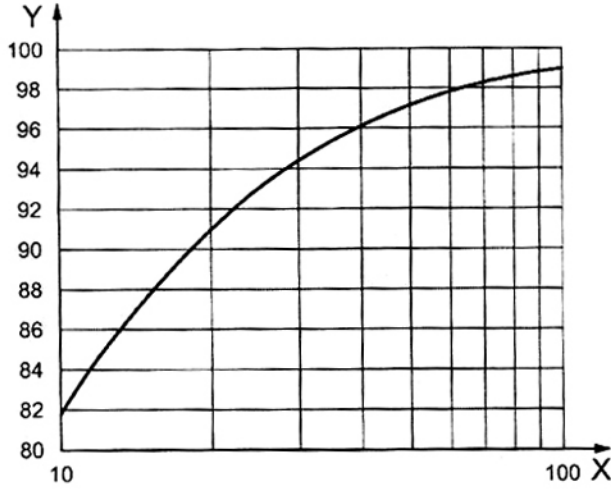
Y IRHD

Hình A.1 – Mối liên quan giữa E và độ cứng tính bằng IRHD từ 3 đến 100**CHÚ DẪN:**

X E, tính bằng MPa

Y IRHD

Hình A.2 – Mối liên quan giữa E và độ cứng tính bằng IRHD từ 3 đến 30



CHÚ DẪN:

X E, tính bằng MPa

Y IRHD

Hình A.3 – Mối liên quan giữa E và độ cứng tính bằng IRHD từ 80 đến 100

Phụ lục B

(tham khảo)

Các kết quả độ chụm từ chương trình thử nghiệm liên phòng

B.1 Tổng quát

Chương trình thử nghiệm liên phòng (ITP) sau đây đầu tiên được thực hiện trong thời gian năm 1985 và 2007.

- a) Năm ITP được thực hiện trong thời gian 1985 và 1989 (xem B.2).
- b) Một ITP được thực hiện riêng biệt đối với phương pháp M (phép thử micro) năm 2004 (xem B.3).
- c) Việc đánh giá độ chụm một cách toàn diện (ITP) được thực hiện năm 2007, trong đó một loạt các thử nghiệm được lặp lại đối với bốn tuần thử nghiệm với mỗi tuần thử nghiệm được tách rời khoảng một tuần nghỉ, do vậy mang lại bốn đánh giá riêng biệt về độ chụm, đánh giá cho từng tuần (xem B.4).

Một chuỗi các chương trình đánh giá độ chụm trong nhiều năm (1985 đến 2007) đã được thực hiện do độ cứng là thử nghiệm được sử dụng rất thường xuyên trong ngành công nghiệp cao su. Do vậy, việc đánh giá đầy đủ loại thử nghiệm này rất quan trọng.

Tất cả các phép tính nhằm cung cấp các giá trị độ tái lập và độ lặp lại được thực hiện theo ISO/TR 9272. Khái niệm độ chụm và thuật ngữ cũng được nêu trong ISO/TR 9272.

Phụ lục C đưa ra hướng dẫn về sử dụng các giá trị độ tái lập và độ lặp lại.

CHÚ THÍCH: Bản ISO/TR 9272 xuất bản năm 1986 được sử dụng đối với ITP được thực hiện giữa 1985 và 1989, tuy nhiên bản sau đó hoặc bản hiện tại được sử dụng cho các chương trình năm 2004 và 2007.

B.2 Các kết quả độ chụm từ ITP được thực hiện trong khoảng 1985 và 1989

B.2.1 Chi tiết chương trình

B.2.1.1 Năm ITP được tổ chức và thực hiện bởi Statens Provningsanstalt (Thụy Điển) trong khoảng 1985 và 1989. Các mẫu thử lưu hóa được chuẩn bị trong một phòng thử nghiệm và được gửi tới tất cả người tham gia. Chi tiết của năm ITP như sau.

- a) Cao su độ cứng trung bình (phương pháp N). Bốn hợp chất cao su, dải độ cứng danh nghĩa 30 IRHD đến 85 IRHD, 26 phòng thử nghiệm. Ba phép xác định (phép đo) độ cứng trên từng hợp chất trong mỗi hai ngày, cách nhau một tuần, sử dụng phương pháp N. Trung bình của ba phép đo được sử dụng là "kết quả thử nghiệm" đối với phân tích độ chụm.

- b) Cao su có độ cứng trung bình (phương pháp M). Bốn hợp chất cao su, dải độ cứng danh nghĩa 30 IRHD đến 85 IRHD, 26 phòng thử nghiệm. Ba phép xác định (phép đo) độ cứng trên từng hợp chất trong mỗi hai ngày, cách nhau một tuần, sử dụng phương pháp M. Trung bình của ba phép đo được sử dụng là "kết quả thử nghiệm" đối với phân tích độ chụm.
- c) Cao su có độ cứng cao (phương pháp N). Ba hợp chất cao su, dải độ cứng danh nghĩa 85 IRHD đến 100 IRHD, 12 phòng thử nghiệm. Năm phép xác định (phép đo) độ cứng trên từng hợp chất trong mỗi hai ngày, cách nhau một tuần, sử dụng phương pháp N. Trung bình của năm phép đo được sử dụng là "kết quả thử nghiệm" đối với phân tích độ chụm.
- d) Cao su có độ cứng cao (phương pháp H). Ba hợp chất cao su, dải độ cứng danh nghĩa 85 IRHD đến 100 IRHD, 12 phòng thử nghiệm. Ba phép xác định (phép đo) độ cứng trên từng hợp chất trong mỗi hai ngày, cách nhau một tuần, sử dụng phương pháp H. Trung bình của ba phép đo được sử dụng là "kết quả thử nghiệm" đối với phân tích độ chụm.
- e) Cao su có độ cứng thấp (phương pháp L). Một hợp chất cao su có độ cứng danh nghĩa thấp, 5 phòng thử nghiệm. Ba phép xác định (phép đo) độ cứng trên từng hợp chất trong mỗi hai ngày, cách nhau một tuần, sử dụng phương pháp L. Trung bình của ba phép đo được sử dụng là "kết quả thử nghiệm" đối với phân tích độ chụm.

B.2.1.2 Đánh giá độ chụm là loại 1 (mẫu thử đã được chuẩn bị, lưu hóa được luân chuyển) và thời gian đối với độ lặp lại và độ tái lập tính trên tỷ lệ ngày. Đối với cao su có độ cứng thấp, phương pháp L, do số phòng thử nghiệm nhỏ trong chương trình đánh giá độ chụm, các kết quả độ chụm được trình bày thành bảng phải sử dụng cẩn trọng.

B.2.2 Kết quả độ chụm (1985 đến 1989)

B.2.2.1 Các kết quả độ chụm được nêu trong Bảng B.1 đối với cao su có độ cứng trung bình sử dụng phương pháp N, Bảng B.2 đối với cao su độ cứng trung bình sử dụng phương pháp M, Bảng B.3 đối với cao su có độ cứng cao sử dụng phương pháp N, Bảng B.4 đối với cao su độ cứng cao sử dụng phương pháp H, và Bảng B.5 đối với cao su độ cứng thấp sử dụng phương pháp L.

B.2.2.2 Các kết quả độ chụm như được xác định bởi ITP này không được áp dụng đối với thử nghiệm chấp thuận hoặc loại bỏ đối với bất kỳ nhóm vật liệu hoặc sản phẩm nào mà không có đủ tài liệu mà theo đó các kết quả đánh giá độ chụm này thực sự áp dụng đối với các sản phẩm hoặc vật liệu được thử nghiệm.

Bảng B.1 – Độ chụm loại 1, cao su độ cứng trung bình, phương pháp N

Vật liệu	Giá trị trung bình	Trong cùng phòng thử nghiệm		Liên phòng thử nghiệm	
		r	(r)	R	(R)
A	31,5	1,29	4,08	2,98	9,47
B	47,1	1,23	2,61	2,68	5,68
C	66,6	1,65	2,48	4,47	6,71
D	86,5	2,32	2,68	3,49	4,03
Giá trị chung phần	58,3	1,68	2,89	3,49	5,99

Giải thích ký hiệu:
 r = độ lặp lại tuyệt đối, tính bằng đơn vị phép đo;
 (r) = độ lặp lại tương đối, tính bằng phần trăm;
 R = độ tái lập tuyệt đối, tính bằng đơn vị phép đo;
 (R) = độ tái lập tương đối, tính bằng phần trăm.

Bảng B.2 – Độ chụm loại 1, cao su độ cứng trung bình, phương pháp M

Vật liệu	Giá trị trung bình	Trong cùng phòng thử nghiệm		Liên phòng thử nghiệm	
		r	(r)	R	(R)
A	36,6	1,57	4,29	5,82	15,9
B	50,9	2,31	4,55	5,44	10,7
C	64,9	4,89	7,54	7,47	11,5
D	88,6	4,76	5,38	6,80	7,68
Giá trị chung phần	60,3	3,71	6,16	6,43	10,7

Giải thích ký hiệu:
 r = độ lặp lại tuyệt đối, tính bằng đơn vị phép đo;
 (r) = độ lặp lại tương đối, tính bằng phần trăm;
 R = độ tái lập tuyệt đối, tính bằng đơn vị phép đo;
 (R) = độ tái lập tương đối, tính bằng phần trăm.

Bảng B.3 – Độ chụm loại 1, cao su độ cứng cao, phương pháp N

Vật liệu	Giá trị trung bình	Trong cùng phòng thử nghiệm		Liên phòng thử nghiệm	
		r	(r)	R	(R)
A	85,8	0,78	0,91	3,53	4,11
B	93,4	1,11	1,19	2,96	3,17
C	98,5	0,33	0,34	1,45	1,47
Giá trị chung phần	92,6	0,81	0,87	2,86	3,09

Giải thích ký hiệu:
 r = độ lặp lại tuyệt đối, tính bằng đơn vị phép đo;
 (r) = độ lặp lại tương đối, tính bằng phần trăm;
 R = độ tái lập tuyệt đối, tính bằng đơn vị phép đo;
 (R) = độ tái lập tương đối, tính bằng phần trăm.

Bảng B.4 – Độ chụm loại 1, cao su độ cứng cao, phương pháp H

Vật liệu	Giá trị trung bình	Trong cùng phòng thử nghiệm		Liên phòng thử nghiệm	
		r	(r)	R	(R)
A	87,0	0,96	1,03	3,12	3,41
B	94,2	1,00	1,07	2,15	2,31
C	98,7	0,71	0,76	1,03	1,10
Giá trị chung phần	93,3	0,75	0,90	2,29	2,46

Giải thích ký hiệu:
 r = độ lặp lại tuyệt đối, tính bằng đơn vị phép đo;
 (r) = độ lặp lại tương đối, tính bằng phần trăm;
 R = độ tái lập tuyệt đối, tính bằng đơn vị phép đo;
 (R) = độ tái lập tương đối, tính bằng phần trăm.

Bảng B.5 – Độ chụm loại 1, cao su độ cứng thấp, phương pháp L

Vật liệu	Giá trị trung bình	Trong cùng phòng thử nghiệm		Liên phòng thử nghiệm	
		r	(r)	R	(R)
A	33,0	0,20	0,61	2,00	6,04

Giải thích ký hiệu:
 r = độ lặp lại tuyệt đối, tính bằng đơn vị phép đo;
 (r) = độ lặp lại tương đối, tính bằng phần trăm;
 R = độ tái lập tuyệt đối, tính bằng đơn vị phép đo;
 (R) = độ tái lập tương đối, tính bằng phần trăm.

B.3 Các kết quả độ chụm từ ITP được thực hiện năm 2004

B.3.1 Chi tiết chương trình

B.3.1.1 Một ITP đánh giá độ chụm của thử nghiệm độ cứng micro được tiến hành năm 2004, sử dụng các quy trình và hướng dẫn được mô tả trong ISO/TR 9272:2005. Độ chụm đối với phương pháp thử micro được xác định nhằm mục đích so sánh với độ cứng Shore AM được xác định theo TCVN 1595-1 (ISO 7619-1).

B.3.1.2 Độ chụm loại 1 được đánh giá (đối với cả hai phương pháp), sử dụng mẫu thử lưu hóa được chuẩn bị từ bốn hợp chất cao su khác nhau, A, B, C và D (với loại độ cứng), được cung cấp cho sáu phòng thử nghiệm tham gia ITP. Trên cơ sở hai ngày thử nghiệm, cách nhau hai tuần, thứ tự thử nghiệm sau đây được thực hiện.

B.3.1.3 Đối với từng hợp chất, ba mẫu thử được cung cấp và năm phép đo độ rắn được thực hiện trên mỗi ba mẫu thử bởi từng cặp hai người thực hiện. Đối với từng người thực hiện, giá trị trung bình được lựa chọn đối với ba mẫu thử. Hai giá trị trung bình sau đó được lấy trung bình cộng để đạt được một giá trị làm kết quả thử nghiệm đối với ngày thử nghiệm đó. Các phép đo Shore AM được thực hiện trên một cạnh của mẫu thử và các phép đo IRHD được thực hiện trên cạnh kia. Phân tích độ chụm được dựa trên dữ liệu kết quả thử nghiệm, nghĩa là hai giá trị kết quả thử nghiệm của một phòng thử nghiệm.

B.3.1.4 ISO/TR 9272:2005 quy trình xử lý khoảng lệch lựa chọn 2, thay thế khoảng lệch, được sử dụng khi ITP chỉ có số phòng thử nghiệm tham gia tối thiểu (sáu). Quy trình lựa chọn 2 này thay thế từng khoảng lệch được tuyên bố là đáng kể có giá trị thích hợp với phân bố giá trị dữ liệu đối với dữ liệu không khoảng lệch dành cho vật liệu đó. Xem ISO/TR 9272:2005 đối với tính hợp lý của khái niệm này và các chi tiết khác.

B.3.1.5 Các kết quả độ chụm như được xác định bởi ITP này không được áp dụng đối với thử nghiệm chấp thuận hoặc loại bỏ đối với bất kỳ nhóm vật liệu hoặc sản phẩm nào mà không có đủ tài liệu mà theo đó các kết quả đánh giá độ chụm này thực sự áp dụng đối với các sản phẩm hoặc vật liệu được thử nghiệm.

B.3.2 Các kết quả độ chụm (2004)

B.3.2.1 Các kết quả độ chụm đạt được đối với phương pháp thử micro IRHD được nêu trong Bảng B.6, có các vật liệu được liệt kê theo trật tự tăng dần theo độ cứng. Các kết quả được đưa ra dưới dạng cả độ chụm tuyệt đối, r hoặc R , và độ chụm tương đối, (r) và (R) .

B.3.2.2 Các kết quả phân tích độ chụm được nêu trong Bảng B.6 đối với phương pháp thử micro IRHD và được nêu trong ISO 7619-1:2004/Amd.1 đối với phương pháp Shore AM biểu thị rằng không có xu hướng rõ rệt đối với r hoặc R so với mức độ cứng trong dải từ IRHD 46 đến IRHD 74. Độ lặp lại đối với phương pháp Shore AM, $r = 0,88$ và $(r) = 1,47$, và đối với phương pháp thử micro IRHD, $r = 1,14$ và $(r) = 2,04$, tương tự hợp lý. Tuy nhiên, độ tái lập của hai phương pháp đo độ cứng khác nhau về căn bản. Đối với bộ cứng AM, $R = 8,08$ và $(R) = 8,98$, trong khi đó đối với phương pháp thử micro IRHD $R = 2,20$ và $(R) = 3,85$.

B.3.2.3 Thông số độ tái lập R và (R) đối với IRHD là 43 % giá trị đối với Shore AM, cho thấy sự thỏa thuận liên phòng thử nghiệm tốt hơn nhiều đối với các phép đo IRHD.

Bảng B.6 – Dữ liệu độ chụm đối với phương pháp thử micro IRHD

Vật liệu	Giá trị trung bình	Trong cùng phòng thử nghiệm			Liên phòng thí nghiệm			Số phòng thử nghiệm ^a
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	
B	45,6	0,404	1,13	2,48	0,954	2,67	5,85	6 (1)
C	53,9	0,469	1,31	2,43	0,583	1,63	3,03	6 (1)
A	63,7	0,605	1,7	2,66	0,728	2,04	3,2	6
D	74	0,149	0,416	0,57	0,875	2,45	3,31	6
Trung bình			1,139	2,035		2,1975	3,8475	

Giải thích biểu tượng:

s_r = độ lệch chuẩn trong phòng thử nghiệm (tính bằng đơn vị phép đo);

r = độ lặp lại (tính bằng đơn vị phép đo);

(r) = độ lặp lại (tính bằng phần trăm mức trung bình);

s_R = độ lệch chuẩn liên phòng thử nghiệm (đối với tổng phương sai liên phòng thử nghiệm tính bằng đơn vị phép đo);

R = độ tái lập (tính bằng đơn vị phép đo);

(R) = độ tái lập (tính bằng phần trăm mức trung bình).

^a Số các giá trị thay thế phòng thử nghiệm khoảng lệch lựa chọn 2 được nêu trong ngoặc đơn.

B.4 Các kết quả độ chụm từ ITP được thực hiện năm 2007

B.4.1 Chi tiết chương trình

B.4.1.1 Một ITP đánh giá độ chụm của thử nghiệm độ cứng IRHD N, M và L cũng như Shore A và D được tiến hành năm 2007, sử dụng các quy trình và hướng dẫn được mô tả trong ISO/TR 9272:2005. Độ chụm đối với phương pháp thử Shore A và D, phương pháp được bao hàm trong TCVN 1595 (ISO 7619), được xác định nhằm mục đích so sánh với độ chụm IRHD. Xem TCVN 1595-1 (ISO 7619-1) để biết thêm chi tiết về thử nghiệm độ cứng sử dụng các quy trình Shore A và D.

B.4.1.2 Độ chụm loại 1 được đánh giá, sử dụng mẫu thử lưu hóa được chuẩn bị từ bảy hợp chất hoặc vật liệu tham chiếu khác nhau (RM) có ký hiệu quy ước là RM 121, 122, 123, 124, 125, 126 và 128. Những vật liệu này có mức độ cứng từ thấp đến cao. Xem bảng độ chụm thực sự (Bảng B.7 đến B.11) đối với mức độ cứng thực sự với phương pháp độ cứng đa dạng (IRHD và Shore).

B.4.1.3 Số phòng thử nghiệm tình nguyện tham gia đối với từng phương pháp thử nghiệm (IRHD và Shore) như sau: 26 phòng thử nghiệm đối với IRHD và Shore A; 15 phòng thử nghiệm đối với IRHD M; 18 phòng thử nghiệm đối với Shore D; và 7 phòng thử nghiệm đối với IRHD L.

Tuy nhiên, một số phòng thử nghiệm tình nguyện ban đầu không tham gia quá trình thử nghiệm. Số phòng thử nghiệm mà mỗi loại phương pháp thử nghiệm độ cứng dựa trên đó được nêu trong các bảng kết quả độ chụm (Bảng B.7 đến B.11). Số phòng thử nghiệm tham gia như được nhận thấy trong những bảng này là số cuối cùng sau khi các giá trị phòng thử nghiệm cụ thể được xóa bỏ làm khoảng lệch (đối với từng loại của năm loại thử nghiệm khác nhau) sử dụng các quy trình được nêu trong TR 9272:2005.

B.4.1.4 Đối với từng hợp chất hoặc RM và đối với từng phòng thử nghiệm, hai mẫu thử (được quy định là a và b) được cung cấp và năm phép đo độ cứng được thực hiện trên từng mẫu thử trên cơ sở hai ngày thử nghiệm (thứ hai và thứ sáu) trong tuần thử nghiệm được đưa ra. Quy trình này được lặp lại đối với các tuần thử nghiệm luân phiên đối với tổng bốn tuần "thử nghiệm" có tổng thời gian tám tuần.

B.4.1.5 Đối với từng cặp bộ dữ liệu (mẫu thử a và b) của năm phép đo mỗi ngày (của từng tuần), giá trị trung bình được lựa chọn. Hai giá trị trung bình (a và b) đối với mỗi ngày thử được lấy trung bình để đạt được một giá trị được gọi là giá trị "kết quả thử kết hợp" đối với bất kỳ tuần thử nghiệm và ngày thử nghiệm được đưa ra. Phân tích thống kê đối với độ chụm được thực hiện theo từng giá trị "kết quả thử nghiệm kết hợp chung" ngày 1 và ngày 2 này. Phân tích độ chụm riêng rẽ được thực hiện đối với mỗi bốn tuần thử nghiệm và lập ra các bảng độ chụm cuối cùng, thông số độ chụm (r , R , vv...) được lấy trung bình nhằm đạt được thông số độ chụm chung, nghĩa là giá trị của cả bốn tuần.

TCVN 9810:2013

B.4.1.6 Các phòng thử nghiệm tham gia được khuyến khích sử dụng hai nhân viên thao tác thành thạo đối với ITP này: nhân viên thao tác 1 đối với tuần thử nghiệm 1 và 3 và nhân viên thao tác 2 đối với tuần thử nghiệm 2 và 4. Quyết định sử dụng các mẫu thử khác nhau và nhân viên thao tác khác nhau cũng như sử dụng bốn tuần thử nghiệm được dựa trên mong muốn bao gồm các nguồn biến động thông thường trong cơ sở dữ liệu kết hợp chung hoặc cuối cùng. Do đó, các giá trị độ chụm, như được liệt kê trong các Bảng B.7 đến B.11 đại diện cho các giá trị thực tế hơn hoặc tin cậy hơn so với các kết quả ITP thông thường cái mà tạo thành đánh giá độ chụm "đơn điểm theo thời gian".

B.4.1.7 Các kết quả độ chụm như được xác định bởi ITP này không được áp dụng đối với thử nghiệm chấp thuận hoặc loại bỏ đối với bất kỳ nhóm vật liệu hoặc sản phẩm nào mà không có đủ tài liệu mà theo đó các kết quả đánh giá độ chụm này thực sự áp dụng đối với các sản phẩm hoặc vật liệu được thử nghiệm.

B.4.2 Các kết quả độ chụm (2007)

B.4.2.1 Các kết quả độ chụm đạt được đối với ITP 2007 được nêu trong các Bảng B.7 đến B.11. Độ chụm được đưa ra đối với IRHD N trong Bảng B.7; độ chụm đối với IRHD M trong Bảng B.8; độ chụm đối với IRHD L trong Bảng B.9; độ chụm đối với Shore A trong Bảng B.10 và độ chụm đối với Shore D trong Bảng B.11. Độ chụm đối với IRHD L phải được sử dụng với sự cẩn trọng do nó chỉ được dựa trên bốn phòng thử nghiệm. Các kết quả được đưa ra dưới dạng cả độ chụm tuyệt đối, r hoặc R , và độ chụm tương đối, (r) và (R).

B.4.2.2 Các kết quả độ chụm cho thấy độ chụm IRHD N tốt hơn đáng kể IRHD M. IRHD L tỏ ra khá tương đương với IRHD N nhưng cần phải chú ý do như đã lưu ý, độ chụm IRHD L chỉ được dựa trên bốn phòng thử nghiệm. Độ chụm IRHD N tương tự đáng kể với Shore A, nhưng độ chụm Shore D là kém nhất trong tất cả các phương pháp.

B.4.2.3 Độ chệch là sự khác biệt giữa kết quả thử nghiệm trung bình được đo và giá trị thực hoặc tham chiếu đối với phép đo yêu cầu thực hiện. Các giá trị tham chiếu không tồn tại đối với phương pháp thử nghiệm này và vì vậy độ chệch không được đánh giá.

Bảng B.7 – Dữ liệu độ chụm đối với phương pháp thử nghiệm IRHD N

Vật liệu	Giá trị trung bình	Trong cùng phòng thử nghiệm			Liên phòng thí nghiệm			Số phòng thử nghiệm ^a
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	
RM 123	45,0	0,197	0,550	1,22	0,717	2,01	4,46	14
RM 124	58,2	0,233	0,650	1,12	0,654	1,83	3,15	13
RM 126	84,1	0,541	1,520	1,80	0,916	2,56	3,05	14
Trung bình ^b		0,324	0,907	1,38	0,762	2,13	3,55	

Giải thích biểu tượng:

s_r = độ lệch chuẩn trong phòng thử nghiệm (tính bằng đơn vị phép đo);

r = độ lặp lại (tính bằng đơn vị phép đo);

(r) = độ lặp lại (tính bằng phần trăm mức trung bình);

s_R = độ lệch chuẩn liên phòng thử nghiệm (đối với tổng phương sai liên phòng thử nghiệm tính bằng đơn vị phép đo);

R = độ tái lập (tính bằng đơn vị phép đo);

(R) = độ tái lập (tính bằng phần trăm mức trung bình).

^a Số các giá trị thay thế phòng thử nghiệm khoảng lệch lựa chọn 2 được nêu trong ngoặc đơn.

^b Các giá trị trung bình đơn đối với phép so sánh.

Bảng B.8 – Dữ liệu độ chụm đối với phương pháp thử nghiệm IRHD M

Vật liệu	Giá trị trung bình	Trong cùng phòng thử nghiệm			Liên phòng thí nghiệm			Số phòng thử nghiệm ^a
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	
RM 122	34,08	0,331	0,930	2,72	0,683	1,91	5,61	11
RM 124	58,09	0,605	1,690	2,92	1,068	2,99	5,15	11
RM 125	80,54	1,264	3,540	4,40	2,21	6,20	7,70	11
Trung bình ^b		0,733	2,053	3,35	1,32	3,70	6,15	

Giải thích biểu tượng:

s_r = độ lệch chuẩn trong phòng thử nghiệm (tính bằng đơn vị phép đo);

r = độ lặp lại (tính bằng đơn vị phép đo);

(r) = độ lặp lại (tính bằng phần trăm mức trung bình);

s_R = độ lệch chuẩn liên phòng thử nghiệm (đối với tổng phương sai liên phòng thử nghiệm tính bằng đơn vị phép đo);

R = độ tái lập (tính bằng đơn vị phép đo);

(R) = độ tái lập (tính bằng phần trăm mức trung bình).

^a Số các giá trị thay thế phòng thử nghiệm khoảng lệch lựa chọn 2 được nêu trong ngoặc đơn.

^b Các giá trị trung bình đơn đối với phép so sánh.

Bảng B.9 – Dữ liệu độ chụm đối với phương pháp thử nghiệm IRHD L

Vật liệu	Giá trị trung bình	Trong cùng phòng thử nghiệm			Liên phòng thí nghiệm			Số phòng thử nghiệm ^a
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	
RM 121	34,0	0,221	0,62	1,82	0,310	0,87	2,55	4
Giải thích biểu tượng:								
s_r = độ lệch chuẩn trong phòng thử nghiệm (tính bằng đơn vị phép đo);								
r = độ lặp lại (tính bằng đơn vị phép đo);								
(r) = độ lặp lại (tính bằng phần trăm mức trung bình);								
s_R = độ lệch chuẩn liên phòng thử nghiệm (đối với tổng phương sai liên phòng thử nghiệm tính bằng đơn vị phép đo);								
R = độ tái lập (tính bằng đơn vị phép đo);								
(R) = độ tái lập (tính bằng phần trăm mức trung bình).								
^a Số các giá trị thay thế phòng thử nghiệm khoảng lệch lựa chọn 2 được nêu trong ngoặc đơn.								

Bảng B.10 – Dữ liệu độ chụm đối với phương pháp thử nghiệm Shore A

Vật liệu	Giá trị trung bình	Trong cùng phòng thử nghiệm			Liên phòng thí nghiệm			Số phòng thử nghiệm ^a
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	
RM 122	35,6	0,199	0,560	1,57	0,613	1,72	4,83	19
RM 124	57,5	0,263	0,720	1,28	0,720	2,02	3,51	20
RM 126	79,3	0,473	1,320	1,67	0,821	2,30	2,90	20
Trung bình ^b		0,312	0,867	1,51	0,718	2,01	3,75	
Giải thích biểu tượng:								
s_r = độ lệch chuẩn trong phòng thử nghiệm (tính bằng đơn vị phép đo);								
r = độ lặp lại (tính bằng đơn vị phép đo);								
(r) = độ lặp lại (tính bằng phần trăm mức trung bình);								
s_R = độ lệch chuẩn liên phòng thử nghiệm (đối với tổng phương sai liên phòng thử nghiệm tính bằng đơn vị phép đo);								
R = độ tái lập (tính bằng đơn vị phép đo);								
(R) = độ tái lập (tính bằng phần trăm mức trung bình).								
^a Số các giá trị thay thế phòng thử nghiệm khoảng lệch lựa chọn 2 được nêu trong ngoặc đơn.								
^b Các giá trị trung bình đơn đối với phép so sánh.								

Bảng B.11 – Dữ liệu độ chụm đối với phương pháp thử nghiệm Shore D

Vật liệu	Giá trị trung bình	Trong cùng phòng thử nghiệm			Liên phòng thử nghiệm			Số phòng thử nghiệm ^a
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	
RM 126	24,4	0,369	1,030	4,22	0,756	2,12	8,66	15
RM 128	43,4	0,617	1,730	3,98	1,040	2,92	6,73	14
Trung bình ^b		0,493	1,380	4,10	0,898	2,52	7,70	
Giải thích biểu tượng: s_r = độ lệch chuẩn trong phòng thử nghiệm (tính bằng đơn vị phép đo); r = độ lặp lại (tính bằng đơn vị phép đo); (r) = độ lặp lại (tính bằng phần trăm mức trung bình); s_R = độ lệch chuẩn liên phòng thử nghiệm (đối với tổng phương sai liên phòng thử nghiệm tính bằng đơn vị phép đo); R = độ tái lập (tính bằng đơn vị phép đo); (R) = độ tái lập (tính bằng phần trăm mức trung bình).								
^a Số các giá trị thay thế phòng thử nghiệm khoảng lệch lựa chọn 2 được nêu trong ngoặc đơn. ^b Các giá trị trung bình đơn đối với phép so sánh.								

Phụ lục C

(tham khảo)

Hướng dẫn sử dụng kết quả độ chụm

C.1 Quy trình chung đối với việc sử dụng các kết quả độ chụm như sau đây, có biểu tượng $|x_1 - x_2|$ chỉ rõ sự khác biệt rõ ràng trong bất kỳ hai giá trị phép đo (nghĩa là không liên quan đến ký hiệu).

C.2 Nhập bằng độ chụm thích hợp (đối với bất kỳ thông số thử nghiệm nào được xem xét) tại giá trị trung bình (của thông số được đo) đúng đến số trung bình dữ liệu "thử nghiệm" được xem xét. Dòng này sẽ đưa ra giá trị có thể áp dụng được r , (r) , R hoặc (R) đối với sử dụng trong quá trình quyết định.

C.3 Với các giá trị r và (r) , các hướng dẫn độ lặp lại chung sau có thể được sử dụng để ra quyết định.

- Đối với chênh lệch hoàn toàn: sự chênh lệch $|x_1 - x_2|$ giữa hai giá trị trung bình thử nghiệm, được thấy trên các mẫu vật liệu đồng nhất trên danh nghĩa trong thao tác bình thường và chính xác của quy trình thử nghiệm, sẽ vượt độ lặp lại được trình bày thành bảng r trung bình không quá một trên 20 trường hợp.
- Đối với sự chênh lệch phần trăm giữa hai giá trị trung bình thử nghiệm, chênh lệch phần trăm được tính như sau:

$$\frac{|x_1 - x_2|}{\frac{1}{2}(x_1 + x_2)} \times 100$$

Giữa hai giá trị thử nghiệm, được thấy trên các mẫu vật liệu đồng nhất trên danh nghĩa trong thao tác bình thường và chính xác của quy trình thử nghiệm, sẽ vượt độ lặp lại được trình bày thành bảng (r) trung bình không quá một trên 20 trường hợp.

C.4 Với các giá trị R và (R) , các hướng dẫn độ tái lập chung có thể được sử dụng để ra quyết định.

- Đối với chênh lệch hoàn toàn: chênh lệch hoàn toàn $|x_1 - x_2|$ giữa hai giá trị trung bình thử nghiệm được đo độc lập, được thực hiện tại hai phòng thử nghiệm sử dụng các quy trình phép thử thông thường và chính xác trên các mẫu vật liệu đồng nhất trên danh nghĩa, sẽ vượt độ tái lập được trình bày thành bảng R không quá một trên 20 trường hợp.

- b) Đối với sự chênh lệch phần trăm giữa hai giá trị trung bình thử nghiệm, chênh lệch phần trăm được tính như sau:

$$\frac{|x_1 - x_2|}{\frac{1}{2}(x_1 + x_2)} \times 100$$

Giữa hai giá trị trung bình thử nghiệm được đo độc lập, được thực hiện tại hai phòng thử nghiệm sử dụng các quy trình phép thử thông thường và chính xác trên các mẫu vật liệu đồng nhất trên danh nghĩa, sẽ vượt độ tái lập được trình bày thành bảng (R) không quá một trên 20 trường hợp.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] ISO 7267-1, *Rubber-covered rollers -- Determination of apparent hardness -- Part 1: IRHD method* (Trục lăn phủ cao su – Xác định độ cứng biểu kiến – Phần 1: phương pháp IRHD)
- [2] ISO 7267-2, *Rubber-covered rollers -- Determination of apparent hardness -- Part 2: Shore-type durometer method* (Trục lăn phủ cao su – Xác định độ cứng biểu kiến – Phần 2: Phương pháp đo độ cứng Shore)
- [3] ISO 7267-3, *Rubber-covered rollers -- Determination of apparent hardness -- Part 3: Pusey and Jones method* (Trục lăn phủ cao su – Xác định độ cứng biểu kiến – Phần 3: Phương pháp Pusey và Jones)
- [4] TCVN 1595-1 (ISO 7619-1), *Cao su lưu hóa hoặc nhiệt dẻo – Xác định độ cứng ấn lõm – Phần 1: Phương pháp đo độ cứng (độ cứng Shore)*
- [5] ISO 7619-1:2004/Amd.1, *Rubber, vulcanized or thermoplastic -- Determination of indentation hardness -- Part 1: Durometer method (Shore hardness) – Amendment 1: Precision data* (Cao su, lưu hóa hoặc nhiệt dẻo – Xác định độ cứng ấn lõm – Phần 1: Phương pháp đo độ cứng (độ cứng Shore) – Sửa đổi 1: Dữ liệu độ chụm)
- [6] TCVN 1595-2 (ISO 7619-2), *Cao su lưu hóa hoặc nhiệt dẻo – Xác định độ cứng ấn lõm – Phần 2: Phương pháp dụng cụ đo bỏ túi IRHD*
- [7] ISO 7743, *Rubber, vulcanized or thermoplastic -- Determination of compression stress-strain properties* (Cao su lưu hóa hoặc nhiệt dẻo – Xác định các tính chất sức căng-ứng suất ép)
- [8] ISO/TR 9272:2005, *Rubber and rubber products -- Determination of precision for test method standards* (Cao su và các sản phẩm cao su – Xác định độ chụm đối với các tiêu chuẩn phương pháp thử)
- [9] ISO 18517, *Rubber, vulcanized or thermoplastic -- Hardness testing -- Introduction and guide* (Cao su lưu hóa hoặc nhiệt dẻo – Thử nghiệm độ cứng – Giới thiệu và hướng dẫn)
- [10] Scott, J.R. *Thử nghiệm vật lý của cao su*. Maclaren và Sons, London 1965.
-